

УДК 621.315.592

Б. Е. Патон<sup>1</sup>, Е. А. Аснис<sup>1</sup>, С. П. Заболотин<sup>1</sup>, П. И. Баранский<sup>2</sup>, В. М. Бабич<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона Національної академії наук України, Київ

<sup>2</sup>Інститут фізики напівпровідників Національної академії наук України, Київ

## Получение сверхчистых объемных материалов полупроводниковых в условиях космического вакуума

Наводяться матеріали з технологічних експериментів направлених на отримання надчистих об'ємних напівпровідникових матеріалів в умовах космічного вакууму методом електронно-променевої зонної плавки за допомогою молекулярного екрану і комбінованого способу плавки — поєднання зонної плавки з процесом електропереносу.

Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины совместно с Институтом физики полупроводников НАН Украины проводит исследования, направленные на выяснение возможностей получения объемных совершенных сверхчистых полупроводниковых монокристаллов кремния в условиях микрогравитации.

Ежегодно в мире производится около 9000 тонн монокристаллов кремния. Из них 80 % мирового производства потребляет микроэлектроника, для которой этот материал был и несомненно останется на протяжении нескольких ближайших десятилетий наиболее употребительным.

Кроме того, кремний является тем материалом, структура и электрофизические свойства которого доведены практически до высокого совершенства, и поэтому сравнение структуры и электрофизических свойств, полученных в наземных и космических условиях, позволит установить влияние последних на его совершенство.

Актуальность глубокой очистки полупроводниковых материалов в связи с переходом прикладной электроники к использованию наноструктур и функциональных элементов микроэлектроники субмикронных размеров будет возрастать, что, несомненно, ставит эту проблему в разряд наиболее приоритетных не только для полупроводникового материаловедения, но и для твердотельной электроники в целом.

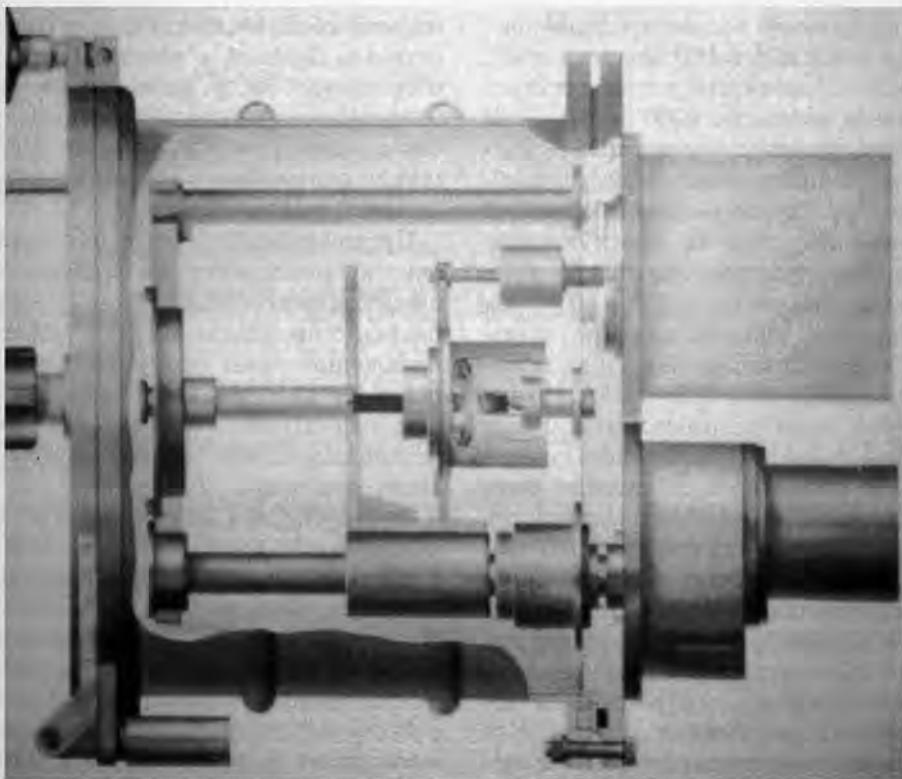
В настоящее время чистота кремния по легирующим примесям доведена до  $10^{10}$  ат/см<sup>3</sup>, при этом содержание сопутствующих примесей, в т.ч. кислорода в кристаллах, выращенных по методу Чохральского или зонной плавкой, доходит до  $10^{17}$  ат/см<sup>3</sup>.

Весьма актуальной является глубокая очистка кристаллов кремния, особенно от кислорода при использовании его как радиационностойкого материала, в частности для создания высокоэффективных счетчиков ядерных излучений, солнечных батарей, различных расположенных на внешней поверхности станции приборов, подвергающихся жесткому облучению частицами высоких энергий и т. д.

Наличие кислорода в кремнии уменьшает быстродействие приборов и служит источником невоспроизводимости параметров таких приборов, как импульсные и переключающие диоды, СВЧ-диоды и др.

Повышение чистоты кремния по кислороду позволило бы повысить КПД солнечных элементов на 10—12 %. При снижении содержания кислорода удалось бы значительно улучшить разрешение кремниевых счетчиков заряженных частиц и т. п.

Необходимо отметить, что монокристаллы (даже небольшие по размерам), но обладающие особо высокими показателями по чистоте и структурному совершенству, найдут самое широкое применение, например для получения легирующих материалов и исходных компонентов, предназначенных для син-



Рабочий блок с вакуумной камерой экспериментальной полетной установки для электронно-лучевой бестигельной зонной плавки

теза сложных полупроводниковых соединений, если эти компоненты не обладают высокой летучестью в вакууме. В деле стандартизации и прецизионной метрологии материалы сверхвысокой чистоты в строго фиксированных внешних условиях могут в перспективе обеспечить надежно обоснованное эталонирование наиболее важных параметров полупроводников и других актуальных и широко употребляемых материалов электронной техники.

Такие материалы окажутся незаменимыми там, где потребуются их небольшие объемы, но требование к их чистоте будут предъявлены предельно высокие.

Для проведения исследований в условиях микрогравитации нами разрабатывается метод бестигельной электронно-лучевой зонной плавки, который является весьма перспективным для указанных целей.

Расплавленная зона образуется за счет бомбардировки материала дисковым пучком электронов, который формируется электронно-лучевым нагревателем, перемещающимся вдоль продольной оси образца (плавающая зона).

На рисунке показан рабочий блок с вакуумной камерой экспериментальной полетной установки для электронно-лучевой бестигельной зонной плавки.

Указанный метод позволяет наиболее полно использовать главные отличительные особенности космоса — микрогравитацию и космический вакуум, в т. ч. и сверхглубокий при выведении вакуум-проводка от плавильной установки в аэродинамический след за молекулярным экраном. Пилотируемые космические станции летают на орbitах 250—400 км от поверхности Земли. Исследования показали, что на указанных орбитах давление составляет в среднем  $10^{-6}$  мм рт.ст., при этом содержание молекул газов, в частности молекулярного и атомарного кислорода (атмосфера космоса отличается большим его количеством)  $10^{14}—10^{15}$  м<sup>-3</sup>. Космические корабли перемещаются с большими скоростями. При этом перед передней поверхностью объекта образуется относительно небольшой уплотненный слой, в котором давление повышается на 3–4 порядка по сравнению с атмосферой на этих орбитах, а за кораблем давление снижается. Молекулярный экран представляет собой диск со специально обработанной поверхностью, расположенный на расстоянии нескольких десятков метров от поверхности станции. С внутренней его стороны давление снижается на несколько порядков и составляет  $10^{-10}—10^{-12}$  мм рт. ст. При этом содержание кислорода,

являющегося в ряде случаев весьма вредной примесью для кремния, составляет  $100$  молекул в  $\text{м}^3$ , т. е. снижается на  $12$ — $13$  порядков и соответствует содержанию этих газов на высоте  $6000$  км [1, 2]. В земных условиях для технологических целей получить такой вакуум не представляется возможным. Как показали расчеты, в случае вывода вакуумпроводы в аэродинамический след за молекулярным экраном в плавильном пространстве можно получить сверхглубокий вакуум —  $10^{-10}$ — $10^{-11}$  мм рт.ст., что вписывается в границы вакуума, которые обеспечивают аэродинамический след за молекулярным экраном.

В настоящее время нами разработаны научные подходы и проведены расчеты для создания вакуумпровода. Диаметр вакуумпровода должен быть не менее  $0.2$  м, так как при более малом диаметре резко снижается скорость откачки, и глубокий вакуум в камере нельзя будет достичь. Вакуумпровод должен быть изготовлен из нержавеющей трубы с полированной внутренней поверхностью для улучшения условий газоотделения. Камеру и вакуумпровод необходимо оснастить вакуумными затворами для выравнивания давления в камере и за бортом с последующей транспортировкой в камеру сверхглубокого вакуума. Камера и вакуумпровод также должны быть снабжены устройством, которое даст возможность продуть систему сверхчистым гелием при откачке. Гелий — это «метла», которая эффективно сметает со стенок камеры и вакуумпровода адсорбированные газы и молекулы влаги.

Проведенные исследования методом ИК-спектроскопии, холовских измерений и электронного paramagnитного резонанса монокристаллов кремния, полученных методом электронно-лучевой бестигельной зонной плавки показали, что даже при плавке в вакууме —  $10^{-5}$  мм рт. ст. содержание кислорода и фосфора снижается соответственно на  $2$  и на  $1$  порядок.

Полученные данные свидетельствуют о хорошей перспективе очистки кремния от газов и других примесей с высокой упругостью пара при плавке в сверхглубоком вакууме, обеспечиваемым с помощью молекулярного экрана.

По-видимому, применяя сверхглубокий вакуум, возможно будет провести очистку кремния от кислорода и других газовых примесей, в частности азота, водорода и аргона, в атмосфере которых кристаллы выращиваются в земных условиях.

Подбирая наиболее подходящие режимы выращивания монокристаллов кремния с помощью электронно-лучевой бестигельной зонной плавки, удалось показать, что в условиях электронно-лучевого переплава (при соблюдении надлежащих режимов

плавки) обеспечивается фронт кристаллизации, достаточно близкий к плоскому, что в свою очередь обеспечивает более равномерное тепловое поле и, соответственно, равномерное распределение примесей поперек кристалла и в его объеме, что способствует получению материала с высокими электрофизическими свойствами.

Предполагается также исследовать в космосе очистку монокристаллов кремния с помощью комбинированного способа плавки — сочетания зонной плавки с процессом электропереноса. Очистка расплавленной зоны происходит как за счет зонной перекристаллизации, так и вывода ионов примесей при наложении электрического поля на образец при пропускании через него тока в направлении роста кристалла.

Этот механизм работает даже в условиях, когда коэффициент сегрегации примесей приближается к единице, как, например, примеси бора в кремнии.

Проведенные расчеты и наземные исследования показали, что при применении этого процесса содержание примеси бора, коэффициент распределения которого  $K = 0.8$ , снижается примерно на  $10\%$ .

В связи с отсутствием в условиях микрогравитации тепловой конвекции эффективность данного метода очистки должна значительно увеличиться. В настоящее время отрабатываются наземные эксперименты.

Во всех случаях при создании физико-технических основ технологического процесса зонной плавки кремния и других полупроводниковых материалов, на наш взгляд, наиболее эффективные результаты могут быть достигнуты при сочетании использования надежно контролируемой микрогравитации и сверхглубокого вакуума.

1. Бержатый В. И., Зворыкин Л. Л., Иванов А. И. и др. Перспективы реализации вакуумных технологий в условиях орбитального полета // Автоматическая сварка.— 1999.—№ 10.—С. 108—116.
2. Патон Б. Е., Лапчинский В. Ф. Сварка и родственные технологии в космосе. — Киев: Наук. думка, 1998.—180 с.

#### DERIVING ULTRAPURE THREE-DIMENSIONAL SEMICONDUCTOR MATERIALS UNDER SPACE VACUUM CONDITIONS

B. Ye. Paton, Ye. A. Asnis, S. P. Zabolotin,  
P. I. Baranskii, and V. M. Babich

We give some results of technological experiments aimed at producing ultrapure three-dimensional semiconductor materials under space vacuum conditions by the method of electron beam zone melting with the use of molecular shield and integrated melting process, which is a combination of zone melting with the electric transfer process.